

原子荧光光谱法检测全矿粉中锑

陈丽萍 梁志方 (辽宁省有色地质一〇三队有限责任公司, 辽宁 丹东 118000)

摘要: 文章主要是分析了原子荧光光谱法的原理、特点以及发展进程, 在此基础上讲解了原子荧光光谱法的应用及发展前景, 最后探讨了矿粉中锑的检测、锑锭中痕量元素的分析方法、AFS 法在食品及锑样分析中的应用、原子荧光样品预处理技术等, 望可以为有关人员提供到一定的参考和帮助。

关键词: 原子荧光光谱法; 检测; 矿粉; 锑

1 引言

当前全矿粉中锑的测定方法主要有石墨炉原子吸收法和孔雀绿分光光度法等。前者灵敏度较低, 而后者操作繁琐, 条件严格, 且还需要有毒的苯进行提取, 使该方法难以推广。而氢化物发生——原子荧光光谱法具有灵敏度高、干扰少、操作简便等优点。

2 原子荧光光谱法

2.1 原子荧光光谱法的原理及特点

原子荧光光谱法是光谱分析的分支。它于 20 世纪中叶开发。1956 年, 通过原子荧光光谱法探索了火焰的化学和物理变化。随后, 在第 10 次国际光谱国际会议上, 一些学者提出在化学分析领域中施用原子荧光光谱, 这导致了原子荧光光谱的快速发展。WMEFORNER 和 VIEKE 于 1964 年发布了第一篇关于 AFS 的文章。AFS 是原子吸收光谱和原子发射光谱法之间的分析技术。原子荧光光谱法是一种简单而优秀的痕量分析技术, 它具有分析和检测灵敏度高、测量干扰小、仪器设备简单廉价、检测限低、线性范围宽, 同时分析多个组分。当检测到该装置时, 进样量很小, 只有少量微升就可以满足测定要求。

2.2 发展

AFS 在中国的起步较晚。20 世纪 70 年代后, 杜文虎引进的 AFS, 1976 年, 这是中国关于 AFS 的第一篇文章。

1969 年, 澳大利亚学者霍拉克发明了氢化物。原子吸收光谱分析技术, 他与原子吸收光谱反应, 但 HG-AA 不适用, 但由于 HG-AA 在常规火焰中被吸收和饱和, 噪声大, 使得仪器的信噪比变差, 因此没有得到广泛的应用。此外, 在石墨炉测量过程中, 钨的光谱干扰和碳粒子散射也会引起非常严重的基体干扰。为可以解决这些问题, 许多学者探索了产生装置和还原系统的产生, 不断改进氢化物生产技术, 并应用了上述 AFS 和电感耦合等离子体。当前原子荧光光谱技术的发展和科学家们的不断探索, 出现了一种新的分析技术。原子荧光光谱法应运而生。

1974 年, Tsujii 和 Kuga 实现了氢化物发生——非色散原子荧光光谱法的测定。郭小伟教授是中国原子荧光分析的创始人。他发生在氢化物中, 并在原子荧光光谱法中取得了重要成果。提出了复杂器件的外部光谱干扰

和谱干扰的问题。溴自由放电灯用于消除光谱干扰而不是碘化物感应放电灯。这项创新使 HG-AFS 成为分析中国特色的方法。20 世纪 80 年代之后, 空气阴极灯用于原子荧光分析, 1983 年, 成功开发了一种双向原子荧光光谱仪。两个空心阴极灯激发初级原子。注射后, 可以同时获得两个元素的荧光信号。将流动喷射和间歇流动技术引入氢化物发生系统中以促进氢化物的产生。当前原子荧光分析技术的不断发展, 仪器的自动化程度得到了大大提高。HG-AFS 的基本原理是将元素减少到气态氢化物中, 载气将雾化器与氢化物进入雾化, 使外部原子经历剧烈的电子转换至高能量, 然后返回到高能荧光。当它们恢复到低能平的特征时, 确定目的。氢化物的元素小, 只有砷、锑、钨、硒、铅、锡和锗。这八种元素氢化物易挥发, 沸点 $< 0^{\circ}\text{C}$ 、但镉、锌和汞也可以用原子荧光光谱法测定。原因是镉和锌可以形成气态成分, 而汞可以形成原子蒸气。这些元素的主要荧光位于 200–290nm 处。因此, 由于 HG-AFS 法及其独特的优势, 如砷、硒、锡、汞和锑, 如砷、硒、锡、汞和锑, 灵敏度波段更为理想。HG-AFS 的特征在于要测试有效的分离和富集, 并且气体注入方法大大增加注射效率。对于 AA, 仅少量辐射源仅在信号中的信号中波动, 因此波动波动在光源波动。同时, 形成氢化物。透射荧光光谱不需要背景校正, 因为大多数矩阵不能进入雾化器, 可以忽略背景荧光值, 以减少矩阵干扰, 而且仪器易于设计仪器, 它使 AFS 同时分析多个元素, 适用于价格分析。

3 应用及发展前景

当前科学技术的快速发展, AFS 技术的关键发展是研究性能, 并使分析更加智能和自动。一方面, 开发和应用新的光源, 以提高测量灵敏度, 例如激光二极管。在 AFS 的研究和应用; 其次, 加强对新型蒸汽发电系统的研究, 提高了测量元素的蒸汽发生率, 加强了对液相和气相干扰的研究, 降低了预处理过程中的损失。另一方面, 早上的 AFS 更加实际和有效。该技术的发展方向是使用原子荧光光谱法进行形态和价分析。梁轩等在大气颗粒物中测定三价砷和五价砷。结果令人满意。秦德苑确定了汞和锑的形式。与此同时, 间接分析也成为分析师的研究热点。流动注射技术或高效液相色谱和原子荧光技术的组合更先进, 这提高了该方法的准确性和灵敏度。

4 矿粉中铈的检测

4.1 实验原理

氢化硼在酸性溶液中加入氢，在催化矿粉样品中形成普通氢化物。然后，通过该装置的载气机构将呈现空气形式的氢气转移到雾化器中，并产生氩-氢火焰雾化反应。

4.2 实验方法

用于本实验的粉末为萤石粉末。称取 0.2g (精确为 0.0001g) 粉末样品于聚四氟乙烯坩埚中，加入少量去离子水进行湿处理。然后向聚四氟乙烯坩埚中加入 10mL 硝酸溶液和 5mL 氢氟酸和 3mL 高氯酸，振荡均匀使溶液充分混合。此后，将聚四氟乙烯坩埚放在电加热板上进行加热，加热温度优选为 220℃，当白烟从溶液中冒出来后，持续加热一段时间，直到白色烟雾完全消失。将聚四氟乙烯坩埚从电热板上取下，冷却，加入少量去离子水，再次将聚四氟乙烯坩埚放在加热板上加热，如此两次完全去除溶液中的酸。稍微冷却，加入少量去离子水，加入 5mL 浓度的 50% 盐酸溶液，加热使溶液中盐类的溶解。溶解后，将聚四氟乙烯坩埚中的溶液移入 50mL 的容量瓶中，并添加 5mL 浓度为 50g/L 半胱氨酸溶液，去离子水定容到刻度，并充分摇匀。将容量瓶放入恒温水罐中，进行恒温水浴，温度设置为 60℃，保温时间为 30min。

开启原子荧光光谱仪，等待金属铈含量的测量。在进行该测量之前，预热原子荧光光谱仪 30min，以确保设备在实验期间处于最佳工作状态。然后对主灯、灯辅助电流、负压、载气流量、屏蔽流量、雾化器高度等参数进行检查和调整，确定工作标准。

然后分别进行标准空白溶液、标准系列溶液、样品空白溶液、待测样品溶液的顺序进行检测。检测得出待测样品溶液的浓度，并根据公式 $W=C_x V/M_x$ 进行计算，计算萤石粉中铈金属的比含量。式中，W 为试样溶液中金属铈的含量，单位为 $\mu\text{g/g}$ ， C_x 为检测样品溶液中金属铈的测量浓度，V 为样品溶液的体积 (50mL)， M_x 为检测样品的称样量 (0.2g)。

5 铈铈中痕量元素的分析方法

铈铈作为一种十分重要的冶金材料，通常用作电池，军用和冶金行业的合金。例如，铈铈用作高附加值钢的原料添加剂。铈铈中的杂质元素的含量是确定产品质量的重要指标之一。铈铈中的常见杂质元素包括汞，例如铈，硒，铅，铜，铁等。在国家标准的 GB/T3253-2001 中，通过分光光度法或原子吸收光谱法，紫外分光光度法和溶解和铈测定苯硒和铈、铜和铁。它还适用于普通冶金产品中的杂质元素的分析和检测。

6 AFS 法在食品及铈样分析中的应用

铅、镉、汞、砷等元素是常见的食品污染分析和测量项目。锶和硒是人体内的微量元素。原子荧光光谱法在检测这些元素方面具有独特的优势。因此，原子荧光

在食品分析中得到了广泛的应用，越来越受到分析人员的青睐。采用原子荧光光谱法测定面粉、大米、肉类、蔬菜和水果中的总汞含量。铅是食品污染的评价指标之一。尤其重要的是提高测定的灵敏度。在样品处理过程中加入纤维氰化物，将样品中的 PB_2 氧化，然后生成硼酸钾生成 PBH_4 ，原子荧光光谱法，方法的相对标准偏差为 4.5%，原子荧光光谱法测定食品中的更多报告。在测定总砷时，AS00 必须通过微波消解减少微波溶解，以处理大米、水产品 and 肉类样品，然后使用 AFS 测定砷、汞含量。

7 原子荧光样品预处理技术

完整的样品分析需要几个样品采集、制备、预处理、测试和数据分析过程。在使用的分析和检测方法中，样品预处理始终是最关键和最耗时的环节，占整个分析的 70%。例如，AFS 可以在几分钟内完成 10 个以上的样品，但预处理阶段通常需要几个小时，90% 的分析结果偏离样品预处理阶段。不完整的样品制备将影响低测量结果的再现性和准确性。因此，研究人员应该更加致力于探索高效、快速和简单的自动样品预处理方法。微波消解是一种样品预处理方法，利用微波能量从内部对样品进行加热和消化，将样品和特定的酸放入消化槽后，盖上盖子，放入微波消解仪中，按照设定的消化方法，样品在高温高压下快速消化溶解，在许多方面都优于传统消化方法，如微波消化法能完全消化样品，减少挥发性成分的损失，提高样品回收率。微波消化法还具有消化速度快、空白值高、损失大或交叉污染的缺点，可同时测定样品中的多种元素，节省试剂，减少对环境的污染。可以看出，每个样品预处理方法具有其自身的独特优点，并且存在一定的缺点。要进行原子荧光测量，应按照不同的样品和不同的测试元件来选择适当的崩解，以避免样品处理。通过过程的干扰和元素确定干扰和元素损耗的干扰和元素损失。

8 结束语

由上可知，原子荧光检验技术有着很强的灵敏性，且受到的限制较少、成本低，不容易受到外界因素的影响，在检测食物样品的过程中应用原子荧光技术能够准确检测出其中的汞元素，为此有关人员应当增强对其的研究。

参考文献：

- [1] 宁月辉, 李月梅, 于连滨, 等. 原子荧光光谱法测定食品接触材料 (PET 瓶) 中铈迁移量 [J]. 高师理科学刊, 2020(8):49-51.
- [2] 林海兰, 朱日龙, 于磊, 等. 水浴消解-原子荧光光谱法测定土壤和沉积物中砷, 汞, 硒, 铈和铈 [J]. 光谱学与光谱分析, 2020,40(05):206-211.
- [3] 肖胜蓝, 谭湘武, 黄昶昕. 8 种掩蔽剂在原子荧光光谱法测定铈中消除干扰的比较 [J]. 河南预防医学杂志, 2020,31(02):17-19+35.